

171644



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

12 Patentschrift  
10 DE 100 47 341 C 1

51 Int. Cl. 7:  
B 01 D 1/16  
G 01 N 30/12

21 Aktenzeichen: 100 47 341.5-44  
22 Anmeldetag: 25. 9. 2000  
43 Offenlegungstag: -  
45 Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 28. 2. 2002

DE 100 47 341 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

73 Patentinhaber:  
Siemens AG, 80333 München, DE

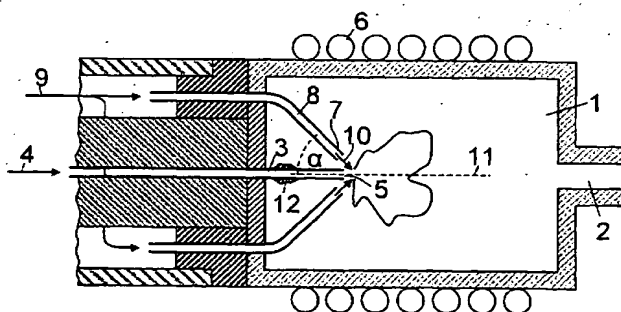
72 Erfinder:  
Müller, Friedhelm, Dip.-Ing., 76351  
Linkenheim-Hochstetten, DE

56 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

DE 199 37 921 A1  
DE 41 40 105 A1  
DE 32 17 777 A1

54 Vorrichtung zum kontinuierlichen Verdampfen kleiner Mengen einer Flüssigkeit

57 Um mit möglichst einfachen Mitteln eine kontinuierliche Verdampfung kleiner Flüssigkeitsmengen zu erreichen, ohne dass die Verdampfung durch Verdampfungsrückstände beeinflusst wird, weist die Vorrichtung einen beheizten Verdampfungsraum (1) mit einer in diesen hineinragenden Kapillare (3) auf, durch deren Austrittsöffnung (5) die Flüssigkeit (4) mit geringer Geschwindigkeit in den Verdampfungsraum (1) gelangt. Um die Kapillare (3) herum sind mindestens drei Zerstäubergasdüsen (7) rotationssymmetrisch angeordnet, durch die ein Zerstäubergas (9) in Form von Gasstrahlen (10) mit einer wesentlich höheren Geschwindigkeit als die der Flüssigkeit (4) in den Verdampfungsraum (1) eingeleitet wird, wobei die Gasstrahlen (10) im unmittelbaren Bereich der Austrittsöffnung (5) der Kapillare (3) unter spitzem Winkel ( $\alpha$ ) gegenüber der Achse (11) der rotationssymmetrischen Anordnung aufeinander treffen.



DE 100 47 341 C 1

## Beschreibung

[0001] Für die Verarbeitung oder Behandlung von Flüssigkeiten, beispielsweise deren Analyse, kann eine zu vorangeordnete kontinuierliche Verdampfung der Flüssigkeit erforderlich sein. Kontinuierlich bedeutet hier, dass eine gleichmäßige Flüssigkeitsströmung in eine möglichst ebenso gleichmäßige Dampfströmung umgesetzt wird, ohne dass es zu lokalen Konzentrationsunterschieden unterschiedlicher Verdampfungsbestandteile im Dampf und damit in der Dampfströmung kommt. Insbesondere bei sehr geringen Flüssigkeitsmengen im Bereich von Mikrolitern je Minute und großen Siedepunktunterschieden der einzelnen Inhaltsstoffe der Flüssigkeit gestaltet sich die kontinuierliche Verdampfung als schwierig. So würde ein einfaches Eintropfen der Flüssigkeit in einen beheizten Verdampfungsraum zu einer ungleichmäßigen Verdampfung führen, weil jeder einzelne Tropfen in einer durch Tropfengröße und äußere Umstände bestimmten Zeit fraktioniert verdampft; dabei verdampfen Inhaltsstoffe mit niedrigerem Siedepunkt zuerst und Inhaltsstoffe mit hohem Siedepunkt zuletzt. Darüber hinaus kann aufgrund der Wärme in dem Verdampfungsraum die Verdampfung bereits in der Zuleitung für die Flüssigkeit beginnen, so dass dadurch zum einen die Gleichmäßigkeit der Flüssigkeitszufuhr gestört wird und zum anderen sich je nach Flüssigkeit feste Verdampfungsrückstände in der Zuleitung anlagern können, die die Flüssigkeitszufuhr ebenfalls bis hin zu einer Verstopfung der Zuleitung beeinträchtigen. Solche festen Verdampfungsrückstände treten insbesondere bei der Verdampfung von organischen Brennstoffen, z. B. Benzin oder Diesel, auf.

[0002] Eine gleichmäßige Verdampfung kann durch Zerstäuben bzw. Vernebeln der Flüssigkeit in dem Verdampfungsraum erzielt werden, weil die so erzeugten Tröpfchen aufgrund ihrer geringen Größe sofort verdampfen (DE 199 37 921 A1). Die Verwendung eines Druckzerstäubers, bei dem die Flüssigkeit durch eine Düse gedrückt wird, ist jedoch aufgrund des höheren Flüssigkeitsdurchsatzes durch die Düse für sehr geringe zu verdampfende Flüssigkeitsmengen nicht geeignet. Bei so genannten Zweistoffdüsen wird die Flüssigkeit durch ein Träger- oder Zerstäubergas mitgerissen, was eine relativ hohe Geschwindigkeit des Zerstäubergases und damit einen relativ hohen Gasdurchsatz erfordert. Außerdem wurde bei so genannten Außenzerstäuberdüsen, bei denen eine innere Düse die Flüssigkeit und eine äußere ringspaltförmige Manteldüse das Zerstäubergas führen, eine zunehmend fortschreitende Verstopfung des Ringspalts durch feste Verdampfungsrückstände der Flüssigkeit festgestellt, was darauf zurückzuführen ist, dass die Flüssigkeit beim Austritt aus der Innendüse aufgrund von Adhäsionskräften in Verbindung mit den lokalen Strömungsverhältnissen am Düsenrand an der Außenwand der Innendüse zurückkriecht, dabei teilweise verdampft und feste Verdampfungsrückstände ablagert.

[0003] Aus der DE 41 40 105 A1 und der DE 32 17 777 A1 ist jeweils eine Vorrichtung zum Versprühen einer Flüssigkeit bekannt, die als Flüssigkeitsstrahl oder in Tropfen aus einem Flüssigkeitsauslass herausgestoßen und mit Hilfe von Zerstäubergasstrahlen, welche außen vor dem Flüssigkeitsauslass unter spitzem Winkel aufeinander treffen, in feine Tröpfchen zerstäubt bzw. mit dem Zerstäubergas gemischt werden.

[0004] Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit möglichst einfachen Mitteln eine kontinuierliche Verdampfung kleiner Flüssigkeitsmengen zu erreichen, ohne dass die Verdampfung durch Verdampfungsrückstände beeinflusst wird.

[0005] Gemäß der Erfindung wird die Aufgabe durch die

in Anspruch 1 angegebene Vorrichtung gelöst, von der vorteilhafte Weiterbildungen in den Unteransprüchen angegeben sind.

[0006] Die von den Zerstäubergasdüsen ausgehenden Gasstrahlen treffen im Bereich des Austritts der Flüssigkeit aus der Kapillare spitzwinklig aufeinander, so dass sie dort verwirbeln und dabei die Flüssigkeit in den beheizten Verdampfungsraum hinein zerstäuben. Die Zerstäubung der Flüssigkeit erfolgt also nicht durch einen sie miteißenden Gasstrahl, sondern durch die Verwirbelung der aufeinander treffenden Gasstrahlen, so dass der dabei erforderliche Gasdurchsatz vergleichsweise gering sein kann. Auch hier können geringe Mengen der Flüssigkeit aufgrund von Adhäsionskräften von der Austrittsöffnung aus außen an der Kapillare entlang zurückkriechen und dort anhaftende feste Verdampfungsrückstände ausbilden, jedoch befinden sich diese Verdampfungsrückstände dann außerhalb der Zerstäubergasdüsen bzw. der davon ausgehenden Gasstrahlen, so dass diese und damit der Zerstäubungsvorgang nicht gestört werden.

[0007] Damit die Flüssigkeit beim Zerstäuben möglichst schnell verdampft wird, wird das Zerstäubergas vorzugsweise mittels einer entsprechenden Einrichtung erwärmt. Dies kann durch eine separate Aufheizung des Zerstäubergases geschehen oder dadurch, dass Leitungswege für das Zerstäubergas innerhalb des beheizten Verdampfungsraums verlaufen und dadurch aufgeheizt werden.

[0008] Die Zerstäubergasdüsen sind bevorzugt derart ausgerichtet, dass der Winkel, unter dem die erwärmten Gasstrahlen gegenüber der Achse der rotationssymmetrischen Anordnung der Zerstäubergasdüsen aufeinander treffen, größer als  $45^\circ$  ist und dabei insbesondere im Bereich von  $60^\circ$  liegt. Bei relativ großem Winkel wird nämlich erreicht, dass die Gasstrahlen zum einen unmittelbar bei der Austrittsöffnung für die Flüssigkeit aufeinander treffen können, andererseits aber nicht an der Kapillare entlangstreichen und diese unnötig aufheizen. Ein Aufheizen der Kapillare würde nämlich dazu führen, dass ein geringer Teil der Flüssigkeit bereits innerhalb der Kapillare verdampft und dort die Flüssigkeitszufuhr behindernde Verdampfungsrückstände bilden kann. Daher kann es auch von Vorteil sein, die Kapillare für die Flüssigkeit als Glas- oder Quarzkapillare auszubilden, so dass die Flüssigkeit in der Kapillare aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit des Glases bzw. Quarzes nur gering erwärmt wird; wird eine höhere mechanische Stabilität gefordert, so kann auch eine Metallkapillare in Frage kommen. Ein weiterer Vorteil des vergleichsweise großen Auftreffwinkels der Gasstrahlen besteht darin, dass deren Verwirbelung größer und damit die Zerstäubung der Flüssigkeit effektiver ist. Schließlich kann bei großem Auftreffwinkel der Ort des Auftreffens und der Verwirbelung der Gasstrahlen möglichst dicht bei der Austrittsöffnung für die Flüssigkeit liegen, so dass diese in kleinen Mengen und mit geringer Geschwindigkeit aus der Kapillare austreten kann und dabei unmittelbar an der Austrittsöffnung zerstäubt wird; die Flüssigkeit benötigt daher bei ihrem Austritt aus der Kapillare keine kinetische Energie, um an den Ort der Verwirbelung der Gasstrahlen zu gelangen.

[0009] Um den Ort der Zerstäubung der Flüssigkeit genau einstellen zu können, kann vorgesehen sein, dass die Austrittsöffnung für die Flüssigkeit und die Zerstäubergasdüsen in Richtung der Achse der rotationssymmetrischen Anordnung gegeneinander justierbar sind.

[0010] Das Zerstäubergas wird vorzugsweise durch Kapillaren in den Verdampfungsraum geleitet, wobei die Zerstäubergasdüsen von den Austrittsöffnungen der Kapillaren gebildet werden. Die Kapillaren für das Zerstäubergas können dabei als Metallkapillaren, insbesondere Stahlkapillaren,

ausgebildet sein, die sich einerseits durch eine hohe mechanische Stabilität auszeichnen und andererseits eine gute Wärmeübertragung auf das Zerstäubergas ermöglichen. Zur Einstellung des Auftreffwinkels der Gasstrahlen können die Kapillaren in Richtung auf die Austrittsöffnung für die Flüssigkeit hin gebogen sein.

[0011] Bei aus organischen Brennstoffen, insbesondere Mineralölprodukten, bestehender Flüssigkeit wird vorzugsweise Stickstoff als Zerstäubergas verwendet, um Oxidationen zu vermeiden.

[0012] Zur weiteren Erläuterung der Erfindung wird im Folgenden auf die Figuren der Zeichnung Bezug genommen; im Einzelnen zeigen

[0013] Fig. 1 ein Ausführungsbeispiel der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

[0014] Fig. 2 ein Beispiel für einen günstigen Auftreffwinkel der Gasstrahlen,

[0015] Fig. 3 ein Beispiel für einen ungünstig kleinen Auftreffwinkel der Gasstrahlen und

[0016] Fig. 4 ein Beispiel für die Verwendung der erfindungsgemäßen Vorrichtung in einer Analysevorrichtung.

[0017] Fig. 1 zeigt einen Verdampfungsraum 1, der auf einer Seite einen Auslass 2 aufweist und in den auf der anderen Seite eine Kapillare 3 hineinragt, die eine zu verdampfende Flüssigkeit 4 mit nur sehr geringem Flüssigkeitsdurchsatz in der Größenordnung von Mikrolitern je Minute über eine Austrittsöffnung 5 in den Verdampfungsraum 1 abgibt. Der Verdampfungsraum 1 wird mittels einer elektrischen Heizvorrichtung 6 von außen beheizt. Innerhalb des Verdampfungsraumes 1 sind um die Kapillare 3 herum drei Zerstäubergasdüsen 7 rotationssymmetrisch angeordnet, von denen hier nur zwei sichtbar sind; dabei liegen die Zerstäubergasdüsen 7 auf einem senkrecht zur Zeichnungsebene verlaufenden Kreis mit einem Winkelabstand von 120° zueinander. Die Zerstäubergasdüsen 7 sind an den Enden von weiteren Kapillaren 8 ausgebildet, die ebenfalls von außen in den Verdampfungsraum 1 hineinragen und in diesen ein Zerstäubergas 9, hier Stickstoff, in Form von Gasstrahlen 10 einleiten. Bei den Kapillaren 8 handelt es sich um Stahlkapillaren, deren innerhalb des Verdampfungsraumes 1 verlaufenden Abschnitte mit dem darin geführten Zerstäubergas 9 erwärmt werden. Die Kapillaren 8 sind in Richtung auf die Austrittsöffnung 5 für die Flüssigkeit 4 hin derart gebogen, dass die Gasstrahlen 10 unmittelbar bei der Austrittsöffnung 5 unter einem spitzen Winkel  $\alpha$  von hier etwa 60° gegenüber der Achse 11 der rotationssymmetrischen Anordnung der Zerstäubergasdüsen 7 aufeinander treffen. An dem Ort des Aufeinandertreffens der Gasstrahlen 10 werden diese verwirbelt und zerstäuben dabei die an der Austrittsöffnung 5 anstehende Flüssigkeit 4 in den beheizten Verdampfungsraum 1 hinein.

[0018] Aufgrund von Adhäsionskräften und der Strömungsverhältnisse unmittelbar an der Kapillare 3 können geringe Mengen der Flüssigkeit 4 außen an der Kapillare 3 zurückkriechen und dort unter Bildung von festen Verdampfungsrückständen 12 verdampfen, ohne dass dabei jedoch die Flüssigkeits- und Zerstäubergaszufuhr gestört wird.

[0019] Da, wie Fig. 2 zeigt, die erwärmten Gasstrahlen 10 unter relativ großem Winkel  $\alpha$  gegenüber der Achse 11 unmittelbar bei der Austrittsöffnung 5 aufeinander treffen, streichen die Gasstrahlen 10 nur geringfügig an der Kapillare 3 entlang, so dass diese und die darin befindliche Flüssigkeit 4 nicht unnötig erwärmt wird. Auf diese Weise wird vermieden, dass Teile der Flüssigkeit 4 bereits innerhalb der Kapillare 3 verdampfen und diese möglicherweise mit festen Verdampfungsrückständen zusetzen. Außerdem können die weiteren Kapillaren 8 mit ihren die Zerstäubergasdüsen 7 bildenden Enden in sehr geringem Abstand von bei-

spielsweise nur 0,5 bis 1 mm zur Kapillare 3 angeordnet sein, so dass die Gasstrahlen 10 bereits kurz nach Verlassen der Zerstäubergasdüsen 7 aufeinander treffen und somit noch eine hohe Geschwindigkeit, d. h. eine hohe Zerstäubungsenergie, aufweisen.

[0020] Fig. 3 zeigt als Gegenbeispiel, wie bei zu kleinem Winkel  $\alpha$  die Gasstrahlen 10 an der Kapillare 3 entlangstreichen und diese unnötig erwärmen können. Außerdem treffen die Gasstrahlen 10 vergleichsweise spät nach Verlassen der Zerstäubergasdüsen 7 und daher mit geringerer Geschwindigkeit aufeinander.

[0021] Fig. 4 zeigt ein Beispiel für die Verwendung der in Fig. 1 gezeigten und hier mit 13 bezeichneten Vorrichtung zur Verdampfung einer Flüssigkeit 4, hier Benzin, in einer Analysevorrichtung zur Bestimmung des Gesamtschwefelgehalts der Flüssigkeit 4. Dazu wird von der in einer Rohrleitung 14 fließenden Flüssigkeit 4 eine geringe Menge abgezweigt, die über eine den Durchfluss konstant haltende Ventilanordnung 15 der Vorrichtung 13 zum Verdampfen zugeführt wird. Die dort kontinuierlich verdampfte Flüssigkeit 4 wird anschließend einem geschlossenen Brenner 16 zugeführt und dort unter Wasserstoffzufuhr 17 und Luftzufuhr 18 in einer Flamme 19 verbrannt, wobei die Schwefelverbindungen der Flüssigkeit 4 im Wesentlichen in Schwefeldioxid umgesetzt werden. Die gasförmigen Verbrennungsprodukte 20, also das Schwefeldioxid sowie Kohlendioxid, Wasserdampf, Stickoxide usw., werden einer Dosiereinrichtung 21, hier in Form eines steuerbaren Dosierventils, zugeführt, welches in einer ersten, hier durch ausgezogene Linien dargestellten Ventilstellung die Verbrennungsprodukte 20 durch ein Dosiervolumen 22 hindurch zu einem Gasauslass 23 führt. In dieser Ventilstellung ist außerdem eine Trägergasquelle 24 mit einer hier vereinfacht als eine Trennsäule dargestellten Trenneinrichtung 25 eines Gaschromatographen 26 verbunden, so dass die Trenneinrichtung 25 von dem Trägergas 27 gespült wird. In der zweiten, hier gestrichelt dargestellten Ventilstellung werden die von dem Brenner 16 kommenden Verbrennungsprodukte 20 direkt zu dem Gasauslass 23 geleitet. Das Dosiervolumen 22 ist dann in den Gasweg zwischen der Trägergasquelle 24 und der Trenneinrichtung 25 geschaltet, so dass das Trägergas 27 die in dem Dosiervolumen 22 enthaltenen Verbrennungsprodukte 20 als Gaspfropf durch die Trenneinrichtung 25 schiebt. Dabei wird das Schwefeldioxid von den anderen Verbrennungsprodukten getrennt und anschließend in einem Detektor 28 quantitativ bestimmt. Bei dem gezeigten Beispiel besteht der Detektor 28 aus einem Flammenphotometer-Detektor (FPD), wobei jedoch auch andere zum Nachweis von Schwefeldioxid geeignete Detektoren, beispielsweise ein Wärmeleitfähigkeits-Detektor (WLD), in Frage kommen können. Alle Teile der gezeigten Anordnung, welche die Verbrennungsprodukte 20 führen, sind auf eine Temperatur von mehr als 100°C temperiert, um eine Kondensation des Verbrennungsprodukts Wasserdampf und die Bildung von Säuren zu verhindern. Der zwischen der Vorrichtung 13 zum Verdampfen und dem Brenner 16 liegende Bereich des Zuführungswegs für die verdampfte Flüssigkeit 4 ist ebenfalls so temperiert oder wärmeisoliert, dass die verdampfte Flüssigkeit 4 nicht kondensieren kann.

[0022] Bei dem hier verwendeten Brenner 16 handelt es sich um einen Flammenionisations-Detektor (FID) 29, der in anderen Zusammenhängen in der Analytik vielfach Verwendung findet und von dem es druckfest gekapselte Ausführungen für den Betrieb in explosionsgeschützten Bereichen gibt. Zusätzlich wird hier die Detektor-Funktion des Flammenionisations-Detektors 29 genutzt, um das Detektorsignal 30 des der Trenneinrichtung 25 nachgeordneten Detektors 28 von Signalanteilen zu befreien, die auf Men-

genänderungen der verdampften Flüssigkeit 4 beruhen und den gemessenen Wert der Schwefeldioxid-Konzentration bzw. des daraus abgeleiteten Gesamtschwefelgehalts der Flüssigkeit 4 verfälschen. Dazu wird das Detektorsignal 30 mit dem von dem Flammenionisations-Detektor 29 gelieferten Messsignal 31 in einer Korrektureinrichtung 32 durch Verhältnisbildung korrigiert. Das Messsignal 31 des Flammenionisations-Detektors 29 wird in bekannter Weise dadurch gebildet, dass die in der Flamme 19 erzeugten Ionen über Elektroden unter Hochspannung abgesaugt werden und der daraus resultierende Strom in einem Elektrometervverstärker 33 in das Messsignal 31 umgewandelt wird.

kennzeichnet, dass die Kapillaren (8) für das Zerstäubergas (9) in Richtung auf die Austrittsöffnung (5) für die Flüssigkeit (4) hin gebogen sind.

10. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass bei aus organischen Brennstoffen, insbesondere aus Mineralölprodukten, bestehender Flüssigkeit (4) Stickstoff als Zerstäubergas (9) verwendet wird.

---

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

---

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zum kontinuierlichen Verdampfen kleiner Mengen einer Flüssigkeit (4) mit einem beheizten Verdampfungsraum (1), mit einer in diesen hineinragenden Kapillare (3), durch deren Austrittsöffnung (5) die Flüssigkeit (4) mit geringer Geschwindigkeit in den Verdampfungsraum (1) gelangt, und mit mindestens drei rotationssymmetrisch um die Kapillare (3) herum angeordneten Zerstäubergasdüsen (7), durch die ein Zerstäubergas (9) in Form von Gasstrahlen (10) mit einer wesentlich höheren Geschwindigkeit als die der Flüssigkeit (4) in den Verdampfungsraum (1) eingeleitet wird und die in der Weise angeordnet sind, dass die von ihnen ausgehenden Gasstrahlen (10) im unmittelbaren Bereich der Austrittsöffnung (5) der Kapillare (3) unter spitzem Winkel ( $\alpha$ ) gegenüber der Achse (11) der rotationssymmetrischen Anordnung aufeinander treffen.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Einrichtung zur Erwärmung des Zerstäubergases (9) vorgesehen ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Einrichtung zur Erwärmung des Zerstäubergases (9) innerhalb des Verdampfungsraumes (1) verlaufende Leitungswege (Kapillaren 8) für das Zerstäubergas (9) umfasst.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass der spitze Winkel ( $\alpha$ ), unter dem die Gasstrahlen (10) gegenüber der Achse (11) der rotationssymmetrischen Anordnung der Zerstäubergasdüsen (7) aufeinander treffen, größer als  $45^\circ$  ist, insbesondere im Bereich von  $60^\circ$  liegt.
5. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillare (3) für die Flüssigkeit (4) als Glas- oder Quarzkapillare ausgebildet ist.
6. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Austrittsöffnung (5) für die Flüssigkeit (4) und die Zerstäubergasdüsen (7) in Richtung der Achse (11) ihrer rotationssymmetrischen Anordnung gegeneinander justierbar sind.
7. Vorrichtung nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Zerstäubergas (9) durch Kapillaren (8) in den Verdampfungsraum (1) geleitet wird und dass die Zerstäubergasdüsen (7) von den Austrittsöffnungen der Kapillaren (8) gebildet werden.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Kapillaren (8) für das Zerstäubergas (9) als Metallkapillaren ausgebildet sind.
9. Vorrichtung nach Anspruch 7 oder 8, dadurch ge-

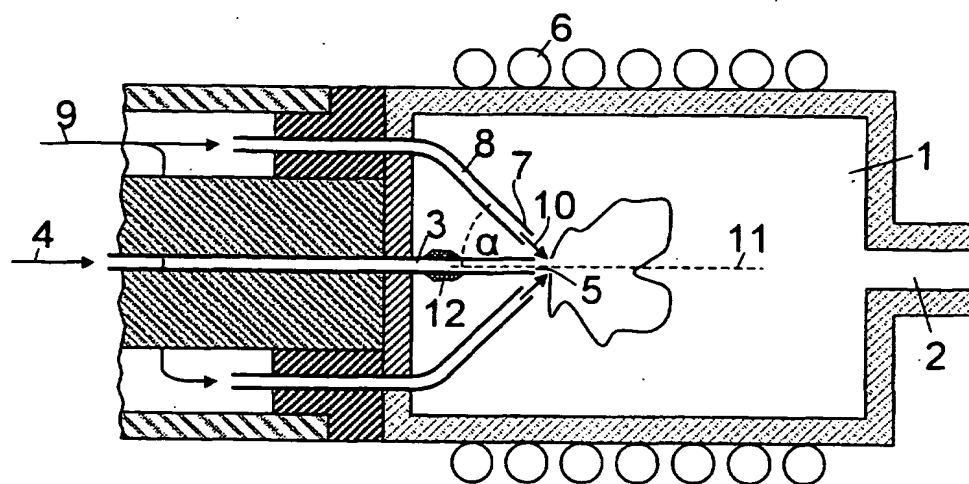


FIG. 1

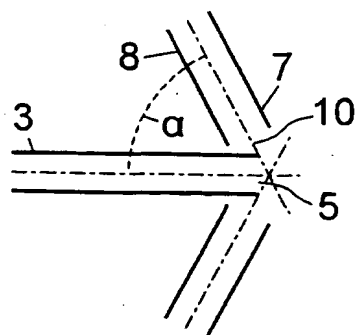


FIG. 2

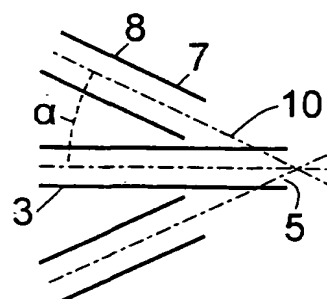


FIG. 3

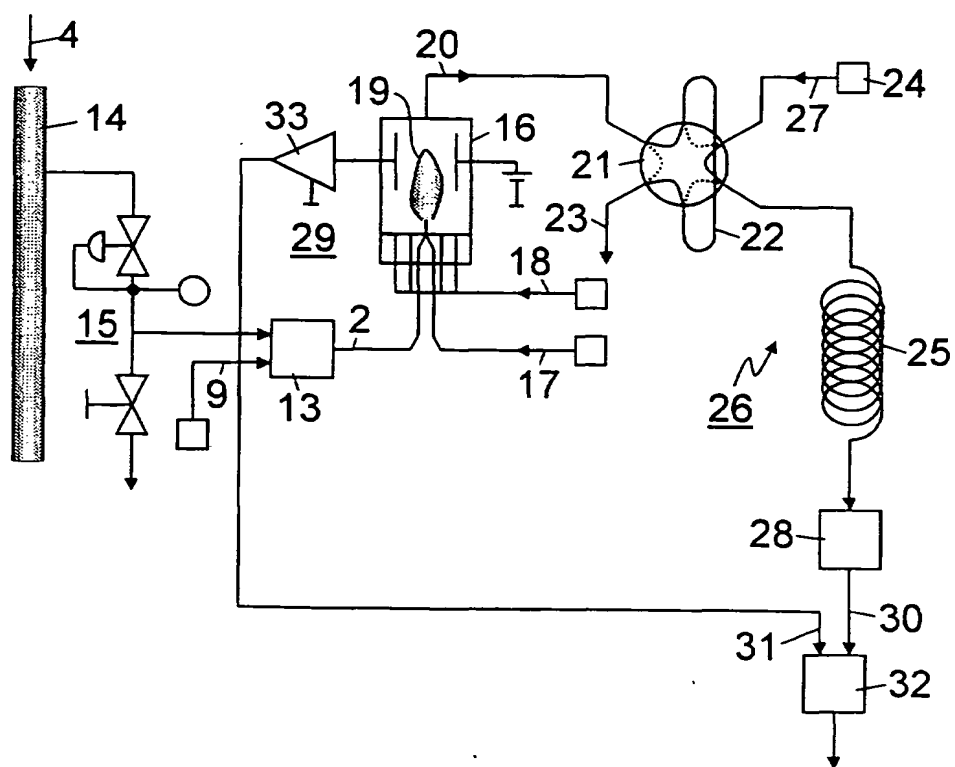


FIG. 4